



PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 01049959 A

(43) Date of publication of application: 27.02.1989

(51) Int. Cl. G01N 31/00

(21) Application number: 62207186

(22) Date of filing: 20.08.1987

(71) Applicant: TOKICO LTD

(72) Inventor: NITTA MICHIO
IWATA TERUFUMI
KUTSUMA TAEKO

(54) INSTRUMENT FOR MEASURING CARBON CONTENT

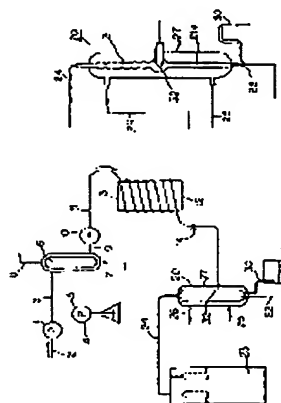
(57) Abstract:

PURPOSE: To increase the contact area of a sample liquid and inert gas and to improve the efficiency of cooling the sample liquid by dispersing the sample liquid supplied from a reactor to multiple directions in an extraction column.

CONSTITUTION: A sample supplying means 1 supplies the sample in which org. carbon is incorporated. A reaction liquid supplying means 4 supplies a reaction liquid to the sample. The reactor 12 forms carbon dioxide by bringing the org. carbon in the sample and the reaction liquid into reaction. An extracting means 20 extracts the carbon dioxide from the sample liquid by blowing the inert gas into the sample liquid supplied from the reactor 12. A measuring means 23 measures the amt. of the carbon dioxide extracted by the means 20 and detects the content of the carbon incorporated into the sample. The means 20 is constituted of a nozzle 32 which disperses the sample liquid supplied from the reactor 12 to the multiple directions, the extraction column 21 which blows the inert gas into

the sample liquid ejected from the nozzle 32 and separates the sample liquid into the carbon dioxide and moisture and a cooling means 27 which cools the extraction column 21. The efficiency of cooling the sample liquid is thereby improved.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO&Japio



⑫ 公開特許公報(A)

昭64-49959

⑪ Int.Cl.⁴
G 01 N 31/00識別記号
GAD庁内整理番号
D-8506-2G

⑬ 公開 昭和64年(1989)2月27日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 炭素量測定装置

⑮ 特 願 昭62-207186

⑯ 出 願 昭62(1987)8月20日

⑰ 発 明 者 新 田 道 夫 東京都杉並区和田2-47-27
⑰ 発 明 者 岩 田 照 史 神奈川県横浜市瀬谷区阿久和町4309-1-401
⑰ 発 明 者 沓 間 妙 子 神奈川県横浜市鶴見区矢向1-17-31-203
⑱ 出 願 人 トキコ株式会社 神奈川県川崎市川崎区富士見1丁目6番3号
⑲ 代 理 人 弁理士 志賀 正武 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

炭素量測定装置

2. 特許請求の範囲

有機炭素が含有された試料を供給する試料供給手段と、前記試料に反応液を供給する反応液供給手段と、前記試料中の有機炭素と反応液とを反応させて、二酸化炭素を生成する反応器と、この反応器から供給された試料液中に不活性ガスを吹き込むことによって、該試料液から二酸化炭素を抽出する抽出手段と、この抽出手段によって抽出した二酸化炭素の量を測定して、前記試料中に含有されていた炭素量を検出する測定手段とを備えてなり、

前記抽出手段は、前記反応器から供給された試料液を多方向に分散させるノズルと、このノズルから噴出した試料液中に不活性ガスを吹き込み、該試料液を二酸化炭素と水分とに分離する抽出塔と、この抽出塔を冷却する冷却手段とから構成さ

れていることを特徴とする炭素量測定装置。

3. 発明の詳細な説明

「産業上の利用分野」

この発明は、炭素量を測定することができるT O C (Total Organic Carbon)計に係り、特に、抽出器において、試料液中の二酸化炭素を効率良く抽出することが可能な炭素量測定装置に関するものである。

「従来の技術」

一般に、水質検査を行う場合には、有機物を酸化分解して二酸化炭素に換え、この二酸化炭素の量を測定して有機炭素量を求める有機炭素測定手段が用いられている。

このような有機炭素測定手段は、有機炭素が含有された試料を供給する試料供給手段と、前記試料に反応液を供給する反応液供給手段と、前記試料中の有機炭素と反応液とを反応させて、二酸化炭素を生成する反応器と、この反応器を経由した試料液から二酸化炭素を抽出する抽出手段と、この抽出手段によって抽出された二酸化炭素の量を

測定する赤外線分析器とを備えたものである。

また、前記抽出手段は、反応器から供給された試料液を抽出塔内に吐出させた上で、該試料液を冷却しつつ、抽出塔内部に不活性ガスを吹き込むことによって、反応器において生成された二酸化炭素を該試料液から適宜抽出するようにしたものである。

「発明が解決しようとする問題点」

ところで、上記の炭素量測定装置では、前記抽出塔に試料液を移送する配管の内径と、前記抽出塔から試料液を吐出させる該配管先端部の口径とが、いずれも略等しい4mm程度に形成されており、これによって、試料液が配管の先端から勢いよく吐出せずに、以下に示すような問題が発生していた。

つまり、試料液と、該試料液に吹き込む不活性ガスとの接触面積あるいは接触時間が少なくなり、該試料液を主に構成する二酸化炭素と水とを効率良く分離できないという問題があった。

この発明は、上記の事情に鑑みてなされたもの

「作用」

この発明によれば、反応器から供給された試料液を抽出塔内において多方向に分散させるようにしたので、該試料液と不活性ガスとの接触面積が大となり、また、該試料液の冷却効率が大きくなる。

「実施例」

以下、この発明の実施例について図面を参照して説明する。

図において、符号1は試料供給ポンプ(試料供給手段)であって、この試料供給ポンプ1の吸込側には、有機炭素を含む試料が供給される試料供給ライン2が設けられている。

また、前記試料供給ポンプ1の吐出側には、配管3が設けられており、この配管3の途中には、前記試料供給ポンプ1から送られた試料中の有機物と反応する反応液の供給手段(反応液供給手段)4が設けられている。この反応液供給手段4は、反応液供給ポンプ5により構成されたものであって、硫酸水溶液と過硫酸カリウム水溶液とからなる反応液を供給するようになっている。なお、前

であって、試料液中に含有されるを効率良く分離抽出することが可能な炭素量測定装置を得ることを目的とするものである。

「問題点を解決するための手段」

この発明は、上記の事情に鑑みてなされたものであって、有機炭素が含有された試料を供給する試料供給手段と、前記試料に反応液を供給する反応液供給手段と、前記試料中の有機炭素と反応液とを反応させて、二酸化炭素を生成する反応器と、この反応器から供給された試料液中に不活性ガスを吹き込むことによって、該試料液から二酸化炭素を抽出する抽出手段と、この抽出手段によって抽出した二酸化炭素の量を測定して、前記試料中に含有されていた炭素量を検出する測定手段とを備え、前記抽出手段を、前記反応器から供給された試料液を多方向に分散させるノズルと、このノズルから噴出した試料液中に不活性ガスを吹き込み、該試料液を二酸化炭素と水分とに分離する抽出塔と、この抽出塔を冷却する冷却手段とから構成するようにしている。

記反応液供給ポンプから供給された反応液の内、硫酸は、試料中に含有されている二酸化炭素(無機炭素)を脱気するものであり、また、過硫酸カリウムは、試料中の有機炭素物を酸化して、二酸化炭素を生成するものである。

前記配管3の下流部には、脱気器6が設けられている。この脱気器6は、ヘリウム、窒素等の不活性ガスを送り込む供気管7が下部に接続されたものであって、該供気管7を通じて供給された不活性ガスは、脱気器6の内部で気泡状となって、反応液(硫酸水溶液)と試料との混合液を互いに攪拌混合し、該試料中の二酸化炭素(無機炭素)を脱気するようになっている。

なお、前記脱気器6の内部で分離された二酸化炭素、及び供気管7により供給されたヘリウム、窒素等の不活性ガスは、該脱気器6の上部に接続されてなる排気管8により外部に排出されるようになっている。

前記脱気器6の排出口には、配管9が接続され、この配管9の下流側には、加圧ポンプ10の吸入

口が接続されている。前記加圧ポンプ10は、後述する反応器内に前記試料及び反応液を一定の流量で供給するためのものである。

また、前記加圧ポンプ10の吐出側には、配管11が接続され、この配管11の途中には、反応液(過硫酸カリウム)と試料中の有機炭素とを反応させて、二酸化炭素を生成する反応器12が設けられている。この反応器12は、ドラムヒータ13の周囲に形成された溝部に沿って、前記配管11を螺旋状に巻回したものであって、前記配管11の管壁には、管内の温度を検出する熱電対(図示略)が取り付けられている。

そして、この熱電対が検出する検出値に基づいて、図示しないコントローラが、反応器12内の温度が急激に低下するなどの異常の際に、前記加圧ポンプ10、試料供給ポンプ1、反応液供給ポンプ5の駆動を停止させ、ドラムヒータ13に対する電力供給を停止させるようになっている。

一方、前記配管11の途中、かつ反応器12の下流側には、固定絞り14が設けられている。こ

ている。

また、前記抽出塔21の周囲には、給水管25及び排水管26を通じて冷却水を循環させる冷却器(冷却手段)27が設けられており、この冷却器27によって、前記抽出塔21内に供給された高温の試料液を冷却して、該試料液の気化を防止するとともに、該試料液を還流して、該試料液を水分(残渣)と二酸化炭素とに分離するようになっている。そして、このとき、前記試料液から分離された水分は、抽出塔21の下部に符号21aで示すドレン溜に一時貯留された後に、該抽出器20の下部に設けられた配管30を通じ、ドレンとして廃液貯留部31に送られるようになっている。

一方、前記配管11の先端部には、該配管11を通じて供給された試料液を抽出塔21内で噴射するノズル32が設けられている。このノズル32は、その口径を配管11の径より小となるように形成したものであり、該試料液の流速を高くして乱流を発生させ、前記試料液を微細な液滴にして飛散させるものである。

の固定絞り14は、前記反応器12の内部の反応圧力を高めるためのものであって、該反応器12の温度が水の沸点を超えたとしても、反応液の気化が起こらないようにするものである。

また、前記配管11の末端、かつ固定絞り14の下流側には、反応器12において反応が完了した試料液から二酸化炭素を抽出する抽出器20が設けられている。

この抽出器20について説明すると、第2図中符号21で示すものは、上下に向けて設けられて、反応器12から供給された試料液を二酸化炭素と水分(残渣)とに気液分離する抽出塔であり、この抽出塔21の下部には、不活性ガス供給源からヘリウム、窒素等の不活性ガスを送り込む配管22が接続され、また、該抽出塔21の上部には、該抽出塔21内で分離した二酸化炭素を赤外線分析器23に送り込む配管24が接続されている。

そして、前記配管22から供給された不活性ガスは、抽出塔21の内部で気泡状となって、反応器12から供給された試料液を攪拌するようになっ

そして、このノズル32から飛散した試料液は、上述したように、冷却器27内を循環する冷却水により冷却され、かつ、配管22を通じて供給された不活性ガスにより攪拌されることによって、該試料液から二酸化炭素のみが抽出され、赤外線分析器23において、該二酸化炭素の定量が行われ、更に、試料中に含有された炭素量が検出されるようになっている。

なお、前記赤外線分析器23に、抽出器20に供給されたヘリウム等の不活性ガスが多量に流入する場合があるが、二酸化炭素の分析に際しては影響を与えない。

上記のように構成された炭素量測定装置によれば、ノズル32によって、配管11を通じて供給された試料液を、抽出塔21内で微細な液滴となるように飛散させたので、該試料液と不活性ガスとの接触面積が大となって、該試料液の攪拌効率が向上するとともに、該試料液に対する冷却器27の冷却効率が向上する。これによって、試料液から二酸化炭素を効率良く抽出することができて、

赤外線分析器23による分析感度の向上、分析精度の安定化を図ることができる。

また、二酸化炭素の抽出効率が良くなるので、従来使用されている抽出器と比較して不活性ガスの使用量を低く押さえることができるとともに、抽出効率を同じとすれば、抽出器全体を小型化することができる。

また、配管11の先端に設けられたノズル32は、配管11の途中に設けられ固定絞り14と同様に、反応器12内の圧力を高めることができるので、これら固定絞り14とノズル32とにおいて、互いの特性変動要因を排除するような設計が可能となる。

なお、上記の炭素量測定装置においては、配管11を通じて供給された試料液に乱流を発生させることによって、該試料液を飛散させるノズル32を設けたが、これに限定されず、配管11の先端に該試料液をシャワー状に飛散させるノズルを設けても良く、また、震動を与えて試料液を飛散させるようにしても良い。つまり、抽出塔21の

内部において、試料液が飛散するのであれば、該試料液を飛散させる手段は、実施例に示したノズル32の構成に限定されない。

「発明の効果」

以上詳細に説明したように、この発明によれば、反応器から供給された試料液を抽出塔内において多方向に分散させるようにしたので、該試料液と不活性ガスとの接触面積が大となり、また、該試料液の冷却効率が大きくなる。これによって、試料液から二酸化炭素を効率良く抽出することができ、分析感度の向上、分析精度の安定化を図ることができる。

また、二酸化炭素の抽出効率が良くなるので、従来の抽出器と比較して不活性ガスの使用量を低く押さえることができるとともに、抽出効率を同じとすれば、抽出器全体を小型化することができる。

4. 図面の簡単な説明

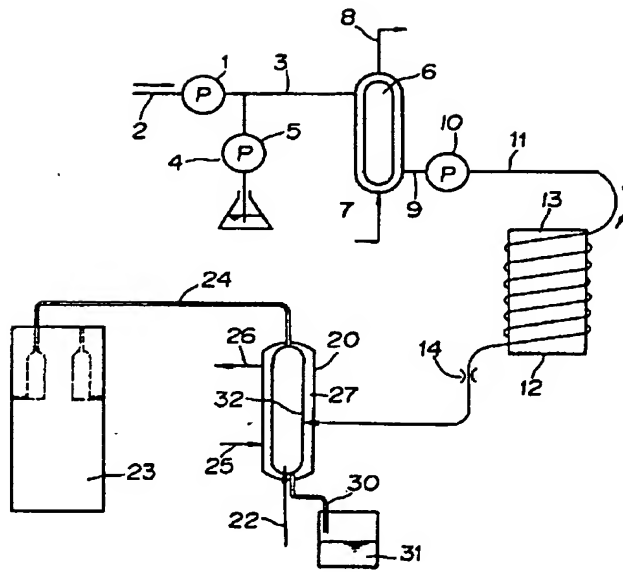
第1図及び第2図は一実施例を示す図であって、第1図はその全体概略構成を示す系統図で、第2

図は抽出器を示す縦断面図である。

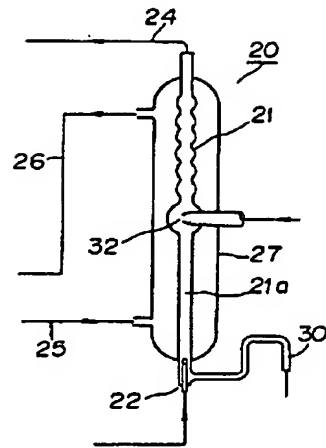
1……試料供給ポンプ(試料供給手段)、4……反応液供給手段、12……反応器、20……抽出器(抽出手段)、21……抽出塔、23……赤外線分析器(測定手段)、27……冷却器(冷却手段)、32……ノズル。

出願人 トキコ株式会社

第1図



第2図



【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載
【部門区分】第6部門第1区分
【発行日】平成6年(1994)12月6日

【公開番号】特開平1-49959
【公開日】平成1年(1989)2月27日
【年通号数】公開特許公報1-500
【出願番号】特願昭62-207186
【国際特許分類第5版】
G01N 31/00 GAD D 7132-2J

特許請求の範囲 (自発)

平成6年7月1日 1994

特許庁長官 殿

1. 事件の表示

昭和62年特許願第207186号

2. 発明の名称

炭素炭素定数装置

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

(305) トキコ株式会社

4. 代理人

東京都新宿区高田馬場3丁目23番3号 ORビル

電話 東京 5330-8011 (代表)

弁護士(6490) 志賀正邦

5. 補正の対象

明細書の「特許請求の範囲」及び「発明の詳細な説明」の各欄

6. 補正の内容

(1) 特許請求の範囲を別紙の通りに補正する。

(2) 明細書の第4頁第5行~第4頁第20行目を次文の通りに補正する。

「本発明は、前記目的を達成させるために、有機炭素が含有された試料を供給する試料供給手段と、前記試料に反応液を供給する反応液供給手段と、前記試料中の有機炭素と反応液とを反応させて、二酸化炭素を生成する反応器と、この反応器から供給された試料液中に不活性ガスを吹き込むことによって、該試料液から二酸化炭素を抽出する抽出手段と、この抽出手段により抽出した二酸化炭素の量を測定して、前記試料中に含有されていた炭素量を検出する測定手段とを備えてなり、

前記抽出手段は、前記反応器から供給された試料液を飛散させるノズルと、このノズルから飛散した試料液中に不活性ガスを吹き込み、該試料液を二酸化炭素と水分とに分離する抽出塔と、この抽出塔を冷却する冷却手段とから構成されて

いることを特徴とする。」

(3) 明細書の第5頁第3行目を次文の通りに補正する。

「炭を抽出塔内において飛散させるように」

(4) 明細書の第12頁第7行目を次文の通りに補正する。

「分散させるようにしたので、該試料液と」

以上

図12

特許請求の範囲

有機炭素が含有された試料を供給する試料供給手段と、前記試料に反応液を供給する反応液供給手段と、前記試料中の有機炭素と反応液とを反応させて、二酸化炭素を生成する反応器と、この反応器から供給された試料液中に不活性ガスを吹き込むことによって、該試料液から二酸化炭素を抽出する抽出手段と、この抽出手段により抽出した二酸化炭素の量を測定して、前記試料中に含有されていた炭素量を検出する測定手段とを備えてなり、

前記抽出手段は、前記反応器から供給された試料液を冷却させるノズルと、このノズルから飛出した試料液中に不活性ガスを吹き込み、該試料液を二酸化炭素と水分とに分離する抽出部と、この抽出部を冷却する冷却手段とから構成されていることを特徴とする炭素量測定装置。

以 上